

⑫ 公開特許公報(A)

昭60-86066

⑤ Int.Cl.⁴ 識別記号 庁内整理番号 ③ 公開 昭和60年(1985)5月15日
C 04 B 28/12 6542-4G
// (C 04 B 28/12 6542-4G 審査請求 有 発明の数 1 (全6頁)
24:00)

④ 発明の名称 板状水酸化カルシウムの製造法

② 特 願 昭58-193494

② 出 願 昭58(1983)10月18日

⑦ 発 明 者 田 中 宏 一 青梅市根ヶ布2-1370-107
⑦ 発 明 者 松 川 昌 則 青梅市東青梅4-10-5
⑦ 発 明 者 山 下 一 夫 青梅市東青梅4-10-5
① 出 願 人 奥多摩工業株式会社 東京都新宿区西新宿1丁目6番8号
④ 代 理 人 弁理士 阿 形 明

明 細 書

1. 発明の名称 板状水酸化カルシウムの製造法

2. 特許請求の範囲

1 酸化カルシウムを水和して水酸化カルシウムを製造するに当り、強酸の金属塩又は強酸の金属塩と多価アルコールとを添加し、かつ水和温度が50℃を超えないように維持することを特徴とする板状水酸化カルシウムの製造法。

2 強酸の金属塩を構成する金属が周期表第Ⅱ族又は第Ⅶ族の金属の中から選ばれたものである特許請求の範囲第1項記載の方法。

3 多価アルコールが二価アルコール又は三価アルコールである特許請求の範囲第1項記載の方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は板状水酸化カルシウムの製造法、さら

に詳しくいえば、プラスチックなどに難燃性を付与するためのファイラーなどとして好適な板状の水酸化カルシウムを製造する方法に関するものである。

近年、プラスチックや繊維などの難燃規制の強化に伴い、各種の無機難燃剤や有機難燃剤が開発され市販されている。

ところで、水酸化カルシウムは、プラスチックなどに難燃性を付与するための安価な無機ファイラーとして最近注目されている。しかしながら、この水酸化カルシウムは、一般に酸化カルシウムの水和反応によつて製造されており、この反応によつて得られた水酸化カルシウムは、通常結晶が細かくて不均一であるために、プラスチックなどに配合する際、分散性や流動性などに問題があり、粒径が大きく、かつ均一な結晶を有する水酸化カルシウムの開発が望まれていた。

本発明者らは、このような要望に答えるべく鋭意研究を重ねた結果、酸化カルシウムを水和して水酸化カルシウムを製造する際に、特定の添加物

を加え、かつ所定の温度で水和することにより、粒径の揃った板状の結晶を有する水酸化カルシウムが得られ、このものはプラスチックなどに配合するとき、分散性や流動性が良好であつて、難燃性を付与するための無機フィラーとして好適であることを見出し、この知見に基づいて本発明を完成するに至つた。

すなわち、本発明は、酸化カルシウムを水利して水酸化カルシウムを製造するに当り、強酸の金属塩又は強酸の金属塩と多価アルコールとを添加し、かつ水利温度が50℃を超えないことを特徴とする板状水酸化カルシウムの製造法を提供するものである。

本発明方法において用いる強酸の金属塩としては、硫酸、塩酸、硝酸などの強酸の周期表第Ⅱ族又は第Ⅶ族の金属の塩が好適であり、例えば硫酸、塩酸、硝酸などのカルシウム塩、マグネシウム塩、亜鉛塩、鉄塩、コバルト塩、ニッケル塩などが挙げられる。

これらの強酸の金属塩はそれぞれ単独で用いて

もよいし、2種以上組合わせて用いてもよく、その添加量は、酸化カルシウムに対して1～5重量%の範囲であることが好ましい。この量が1重量%未満では金属塩添加の効果が少なく、また5重量%を超えると得られた製品の純度に問題があつて好ましくない。

本発明方法において、前記の強酸の金属塩と組合わせて用いる多価アルコールとしては、エチレングリコールやプロピレングリコールなどの二価アルコール、グリセリンやトリメチロールプロパンなどの三価アルコールが好適である。

これらの多価アルコールはそれぞれ単独で用いてもよいし、2種以上組合わせて用いてもよく、その添加量は、酸化カルシウムに対して好ましくは1～10重量%の範囲である。この量が1重量%未満では多価アルコール添加の効果が少なく、また10重量%を超えると得られた製品の純度やコストに問題があつて好ましくない。

本発明方法において、前記の強酸の金属塩のみを添加する場合、得られた水酸化カルシウムは板

状の比較的厚い結晶で、通常径3～5 μ m、厚み0.5～1.5 μ mの範囲のものが得られる。このものは、X線回折によると通常市販されている水酸化カルシウムと同様に $2\theta = 34.1^\circ$ のピークの方が 18.1° のそれよりも高くなつてゐる。

一方、強酸の金属塩と多価アルコールとを組み合わせる場合、得られた水酸化カルシウムは板状の比較的薄い結晶で、通常径1～4 μ m、厚み0.1～0.3 μ mの範囲のものが得られる。このものはX線回折によると、金属塩のみを添加する場合とは逆に、 $2\theta = 18.1^\circ$ のピークの方が 34.1° のそれよりも高くなつてゐる。

本発明においては、酸化カルシウムの水和方法として、該酸化カルシウムに対する水の量を多くして水和する湿式法、及び該酸化カルシウムに対し、水の量を理論値の1.5～3倍加えて水和する乾式法のいずれも用いることができる。

前者の湿式法においては、酸化カルシウムと添加剤とをよく混合したのち水和する方法と、あらかじめ水和水に添加剤を混合してから酸化カルシ

ウムを加えて水和する方法があり、両者とも生成する水酸化カルシウムの形状について大きな差がみられないが、作業上後者の方法の方が便利である。

この方法における酸化カルシウムの濃度は5～20重量%の範囲が望ましく、より好ましくは7～15重量%の範囲である。この濃度が低すぎると生成する水酸化カルシウムの板状結晶は不均一となり、また濃度が高すぎると水和速度が速くなつて、細かい不定形粒子の混入が多くなる。

また、水和温度は50℃を超えないことが必要であつて、好ましくは10～40℃の範囲である。この温度が50℃を超えると水和速度が速くなつて、得られた水酸化カルシウムは板状結晶の他に細かい不定形粒子の混入が多くなる。

後者の乾式法における添加剤の混合方法については、湿式法と同様の方法が用いられ、この場合も、湿式法と同様に得られた水酸化カルシウムの形状に大きな差がみられないが、作業上水和水にあらかじめ添加剤を混合しておく方法の方が便利

である。

この方法においては、使用する水の量は、酸化カルシウムに対して理論値の1.5～3倍の範囲が好ましく、また水和温度は湿式法と同様に50℃を超えないことが必要であつて、好ましくは10～40℃の範囲である。この温度が50℃を超えると水和速度が速くなつて、得られた水酸化カルシウムは板状結晶の他に細かい不定形粒子の混入が多くなる。

本発明方法によつて得られた水酸化カルシウムは、粒径の揃つた板状結晶を有しており、プラスチックなどに難燃性を付与するための無機フィラーとして好適である。

次に実施例によつて本発明をさらに詳細に説明する。

なお、各例におけるX線回折の測定条件は次のとおりである。

ターゲット：Cu-K α

フィルター：Ni

電 圧：30kV

この水和が終結したスラリーをろ過、乾燥、粉碎して水酸化カルシウムの粉末を得た。このものは径2～4 μ m、厚さ0.2～0.3 μ mの六角板状の結晶であり、X線回折の結果、強度比 I_{18}/I_{34} は1.42であつた。この水酸化カルシウム粉末の電子顕微鏡写真を第2図に示す。

実施例3～4

第1表に示すような条件で、実施例1と同様にして水酸化カルシウム粉末を得た。このものの形状及びX線回折における強度比 I_{18}/I_{34} を第1表に示す。

電 流：15mA
スキヤニング速度：4° 2 θ /min

実施例1

硫酸カルシウム・2水塩30gと水9Lを十分にかきまぜ混合して得られた、温度36℃の水和水に、酸化カルシウム1kgをかきまぜながら添加し、水和が終結するまでかきまぜた。

この水和が終結したスラリーをろ過、乾燥、粉碎して水酸化カルシウムの粉末を得た。このものは径3～4 μ m、厚さ0.7～1 μ mの六角板状の結晶であり、X線回折の結果、ピークのうち2 θ =34.1°の強度を I_{34} 、2 θ =18.1°の強度を I_{18} としたときの強度比 I_{18}/I_{34} は0.86であつた。この水酸化カルシウム粉末の電子顕微鏡写真を第1図に示す。

実施例2

グリセリン50g、硫酸カルシウム・2水塩30g及び酸化カルシウム1kgをミキサーで十分に混合して、温度19℃の水20L中にかきまぜながら添加し、水和が終結するまでかきまぜた。

第 1 表

実施例	(酸化カルシウム:1kg)				水酸化カルシウム	
	金属塩		多価アルコール		水和	強度比
	種類	添加量(g)	種類	添加量(g)	温度(℃)	I_{18}/I_{34}
3	CaCl ₂	50	エチレングリコール	70	20	1.33
4	Fe ₂ (SO ₄) ₃	15	—	—	42	0.79

実施例5～6

酸化カルシウムに、添加剤を加えた水和水を該酸化カルシウムが全量水酸化カルシウムと成りうる理論値の1.5～3倍加えて混練し、ペースト状となつたものを円筒形の容器に移し水和水を行つた。得られた水酸化カルシウム粉末の形状及び強度比を水和水条件とともに第2表に示す。

第2表

(酸化カルシウム:1kg)

実施例	金 属 塩		多価アルコール		水 和 水		水酸化カルシウム	
	種 類	添 加 量 (g)	種 類	添 加 量 (g)	温 度 (℃)	水 量 (L)	形 状	強 度 比 I_{10}/I_{34}
5	$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	30	グリセリン	50	15	0.55	径1～2 μm 厚0.1～0.2 μm 板状結晶	1.36
6	$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$	40	—	—	30	0.9	径2～3 μm 厚0.5～0.7 μm 板状結晶	0.90

比較例1, 2

第3表に示すような条件で、実施例1と同様にして水酸化カルシウム粉末を得た。このものの形状及びX線回折における強度比 I_{10}/I_{34} を第3表に示す。また比較例1で得られた水酸化カルシウム粉末の電子顕微鏡写真を第3図に示す。

第3表

(酸化カルシウム:1kg)

比較例	金属塩		多価アルコール		水和水		水酸化カルシウム	
	種 類	添加量 (g)	種 類	添加量 (g)	温度 (℃)	水量 (g)	形 状	強度比 I_{10}/I_{34}
1	-	-	-	-	36	10	0.1~1 μm の板状球状、針状結晶の混合したもの	0.72
2	$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	30	グリセリン	50	65	10		0.75

4. 図面の簡単な説明

第1図、第2図及び第3図は、それぞれ実施例1、実施例2及び比較例1で得られた水酸化カルシウム粉末の電子顕微鏡写真図である。

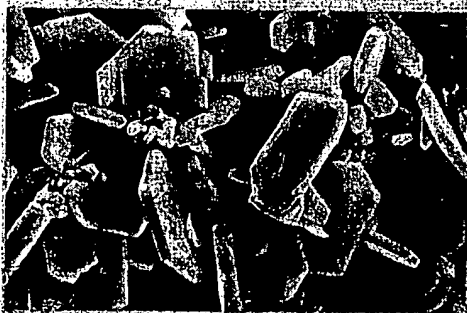
特許出願人 奥多摩工業株式会社

代理人 阿形 明

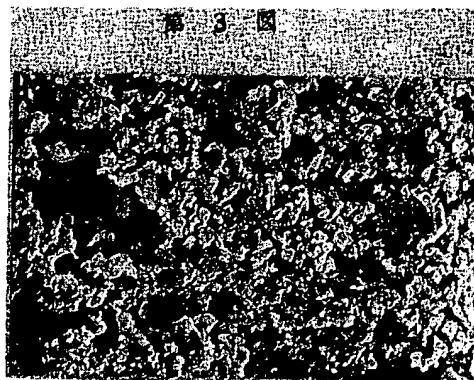
第 1 図



第 2 図



第 3 図



手 続 補 正 書 (方式)

昭和 5 9 年 2 月 2 9 日

特許庁長官 若 杉 和 夫 殿

1. 事件の表示

昭和 5 8 年 特 許 願 第 1 9 3 4 9 4 号

2. 発明の名称

板状水酸化カルシウムの製造法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

東京都新宿区西新宿一丁目 6 番 8 号

奥 多 摩 工 業 株 式 会 社

代表者 安 間 信 之

4. 代 理 人

東京都港区新橋 2 丁目 2 番 2 号 川 志 満 ・ 邦 信 ビ ル 8 階

(7 1 8 2) 弁 理 士 阿 形

電話 (591) 9910 番

5. 補正命令の日付 昭和 5 9 年 1 月 1 1 日

(発 送 日 : 昭 和 5 9 年 1 月 3 1 日)

6. 補正により増加する発明の数 0

7. 補正の対象 明細書の発明の詳細な説明の欄
及び図面の簡単な説明の欄

8. 補正の内容

(1) 明細書第 8 ページ第 1 4 行の「粉末の」の次に「粒子構造の」を加入します。

(2) 同第 9 ページ第 5 行の「粉末の」の次に「粒子構造の」を加入します。

(3) 同第 1 3 ページ第 6 行の「粉末の」の次に「粒子構造の」を加入します。

(4) 同第 1 5 ページ第 4 行の「粉末の」の次に「粒子構造を示す」を加入します。